



SUOMI-FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

[A] TIIVISTELMÄ - SAMMANDRAG

(11) (21) Patenttihakemus - Patentansökan **942267**

(51) Kv.1k.5 - Int.c1.5

A 23P 1/08, A 23G 3/30, 3/00, A 23L 1/09
A 61K 9/36

(22) Hakemispäivä - Ansökningsdag **16.05.94**

(24) Alkuperäisyys - Löpdag **16.05.94**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig **18.11.94**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet

17.05.93 FR 9305917 P

(71) Hakija - Sökande

1. Roquette Freres, 62136 Lestrem, France, (FR)

(72) Keksijä - Uppfinnare

1. Serpelloni, Michel, 155 Route Nationale, 62660 Beuvry les Bethune, France, (FR)
2. Ribadeau-Dumas, Guillaume, 98 Rue Ampere - Residence "Les Jardins", 59130 Lambersart, France, (FR)

(74) Asiamies - Ombud: **Forssén & Salomaa Oy**

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning

Menetelmä kovan, sokerittoman päällysteen muodostamiseksi ja täten saadut tuotteet
Förfarande för att bilda en hård sockerfri beläggning och sålunda erhållna produkter

(57) Tiivistelmä - Sammandrag

Oheisen keksinnön kohteena on parannettu kova-päällystämismenetelmä, jossa käytetään jauhemaista polyolia, ja jonka avulla saadaan aikaan helposti ja nopeasti kova pinnoite tuotteen pinnalle. Tämä menetelmä käsittää toisaalta vähintään 90 % sorbitolin, maltitolin, mannitolin, ksylitolin, erytritolin, laktitolin ja isomaltaan joukosta valittua polyolia sisältävän siirapin levittämisen sekä toisaalta tämän saman, mutta jauhemaisessa muodossa ja puhtaudekseen yli 95 % olevan polyolin erään määrän levittämisen; nämä levittämiset toteutetaan ilman tehostetta kuivausta.

Bifogade uppfinning avser ett förbättrat hårdbeläggningsförfarande där man använder sig av pulverformig polyol med hjälp av vilken man lätt och snabbt åstadkommer en hård beläggning på ytan av en produkt. Detta förfarande innefattar å ena sidan utbredning av en sirap som innehåller en polyol som valts bland minst 90 %:ig sorbitol, maltitol, mannitol, xylitol, erytritol, laktitol och isomalt samt å andra sidan utbredning av en given mängd av denna samma polyol i pulverform och en renhet över 95 %; dessa utbredningar genomförs utan effektiviserad torkning.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

Kovapäälystysmenetelmä ja tällä menetelmällä saadut tuotteet
Härdbelägningsförfarande och produkter som erhållits med
detta förfarande

5

Oheisen keksinnön kohteena on parannettu kovapäälystysmenetelmä, jossa käytetään jauhemaista polyolia, ja jolla menetelmällä saadaan aikaan vaivattomasti ja nopeasti kova päällyste tuotteen pinnalle.

10

Keksintö kohdistuu samoin tätä menetelmää käyttäen saatuihin koviin pinnoitteisiin ja pinnoitettuihin tuotteisiin.

15

Oheisessa keksinnössä käyttökelpoiset polyolit ovat sokerialkoholeja, jotka on valittu sorbitolin, maltitolin, mannitolin, ksylitolin, erytritolin, laktitolin ja isomaltan joukosta. Näitä tuotteita saadaan teollisesti, vastaavasti hydraamalla D-glukoosia, maltoosia, fruktoosia tai levuloosia, ksyloosia, eriyroosia, laktoosia ja isomaltuloo-

20

Polyolien makeus on yleensä heikompi kuin sakkaroosilla, jota niillä pyritään korvaamaan ihmisille tarkoitetuissa elintarvikkeissa sekä myöskin farmaseuttisissa valmisteissa ja ruokavalioituotteissa, mutta polyoleihin liittyy kuitenkin se etu, etteivät ne aiheuta hammasmätää ja että niiden energiasisältö on noin kolmannes pienempi kuin sokerilla.

25

30

Kaikkia näitä polyoleja markkinoidaan jauhemaaisessa muodossa, jonka puhtaus vaihtelee. Erityisesti isomaltan tapauksessa, joka isomallas vastaa alfa-D-glukopyranosyyli-1-6-sorbitolin ja alfa-D-glukopyranosyyli-1-6-mannitolin ekvimolaarista seosta, käsite puhtaus, jolla ei ole minkäänlaista kemiallista merkitystä, ymmärretään tarkoituksenmukaisesti laajemmin oheisessa keksinnössä. Tämä käsite vastaa edellä mainittujen, kyseessä olevan jauheen kuiva-aineessa läsnäolevien isomeerimolekyylien määrän summaa. Kaupallisten isomallasjauheiden puhtaus on siis keksinnön mukaisesti yli 95 %.

Edellä mainituista polyoleista tähän saakka vain sorbitolia on markkinoitu erittäin puhtaana siirappina. Syynä tähän on se, että tämän polyolin liukoisuus on hyvin suuri verrattuna muihin mainittuihin polyoleihin. Tällaisia erittäin puhtaita sorbitolisiirappeja markkinoi esimerkiksi oheinen hakija tavaramerkkeinä NEOSORB^R 70/05 ja NEOSORB^R 70/02. Jäljempänä kuvattavassa menetelmässä voidaan käyttää yhtä

5 hyvin kumpaa tahansa edellä mainittua polyolia.

Kovapäällästäminen on yksikköoperaatio, jota käytetään monilla aloilla, joista voidaan mainita makeisteollisuus ja farmaseuttinen teollisuus. Sitä voidaan myös

10 käyttää lisääaineteollisuudessa, joista lisääaineista voidaan mainita esimerkiksi aromit, makeutusaineet, vitamiinit, entsyymit ja hapot sekä kasvipohjaiset tuotteet. Tässä operaatiossa muodostetaan kova pinnoite kiinteiden tai jauhemaisten tuotteiden pinnalle tuotteiden suojaamiseksi eri syistä tai niiden ulkonäön tai maun parantamiseksi.

15 Kovapäälläystoimenpiteellä pyritään saamaan aikaan rapea sokerikerros, jollaista arvostetaan hyvin paljon makeistutuotteissa tai purukumeissa.

Kovapäällästämisessä on käytettävä kiteytyviä aineita sisältävää siirappia. Kova ja kiteinen pinnoite saadaan tässä tapauksessa levittämällä tuotteen päälle siirappia ja

20 haihduttamalla siirapin sisältämä vesi lämpimän ja kuivan ilman avulla kuivaamalla. Tämä jakso on toistettava hyvin moneen kertaan, noin 10—80 kertaa, jotta päästäisiin tavoiteltuun painon lisääntymiseen.

Painon lisääntymiseksi kutsutaan tuotteiden painon suurenemista, laskien toimenpiteen päätyttyä tuotteiden loppupainona lähtöpainoon nähden.

25

Kovapäällästämistä voi edeltää muita pinnoitustekniikoita. Erityisesti voidaan mainita seuraavat:

30 — kumilla päällästäminen (tai lakkaaminen) on tekniikka, jossa käytetään kiteytymättömien ja yleensä ei-hygroskooppisten aineiden kuten arabikumien, tärkkelysten ja modifioitujen selluloosien sekä maltodekstriinien siirappeja. Sen jälkeen, kun siirap-

pia on levitetty yhteen tai kahteen kertaan pinnoitettavan tuotteen päälle, tällä tekniikalla saadaan muodostetuksi lasimainen kalvo, joka estää hapen, veden ja rasvojen siirtymisen. Tässä menetelmässä voidaan samoin käyttää näiden kiteytymättömien siirappien ohella erityyppisiä jauheita siirappien sisältämän veden sitomiseksi. Edelleen muissa tapauksissa käytetään sulatettuja tai liuottimeen liuotettuja sokereita tai polyoleja. Lasimainen pinnoite, joka on kova ja hauras, saadaan tämän jälkeen jäähdyttämällä tai haihduttamalla liuottimet;

— pehmeäpäällistäminen, jossa tuotteiden pinnalle muodostetaan taipuisa ja pehmeä pinnoite. Tällainen pinnoite saadaan aikaan levittämällä tuotteen pinnalle useaan kertaan toisaalta kiteytymätöntä siirappia, kuten yleensä tärkkelyshydrolysaatteja, ja toisaalta jauhetta, yleensä kiteistä sakkaroosia. Tämä pinnoite on tavallisesti paksu. Tämän tekniikan tapauksessa painon lisääntyminen suuruusluokkaa 10—80 % tai enemmän. Huomattakoon, että siirapin perusaine on tavallisesti erilaista kuin jauheen perusaine.

Tässä keksinnössä käytetyllä käsitteellä kovapäällistäminen tarkoitetaan myös muita hyvin samanlaisia tekniikoita, joita ovat kiillotus ja huurtaminen.

Kiillotuksessa tuotteen pinnalle levitetään yhteen tai kahteen kertaan kiteytyvää siirappia, joka on laimeampaa kuin kovapäällistämässä käytetty siirappi. Tavoitteena on usein parantaa päällistettyjen tuotteiden ulkonäköä.

Myös huurtamisella pyritään parantamaan tuotteiden ulkonäköä, mutta myöskin eristämään tuotteet ilmakehän kosteudelta. Tämä tekniikka muistuttaa kovapäällistämistä siinä suhteessa, että siinä käytetään kiteytyvää siirappia. Olennainen ero on siinä, että toteutettujen jaksojen lukumäärä on vain yksi, kaksi tai kolme.

Oheisen keksinnön puitteissa huomion koheena on itse kovapäällistäminen, kiillotus, huurrutus sekä näiden tekniikkojen yhdistelmät. Kovarakeistamisen jälkeen toteutetaan usein kiillotus.

Monia näitä pinnoitusmenetelmiä on sovellettu käyttämällä niissä polyoleja kuten sorbitolia, mannitolia, ksylitolia, tärkkelyksen hydrattuja hydrolysaatteja, maltitolia, laktitolia, erytritolia ja hydrattua isomaltuloosia. Tällaisia menetelmiä on kuvattu runsaasti kirjallisuudessa. Ne voidaan luokitella kahteen suureen ryhmään.

5

Ensimmäiseen ryhmään kuuluvia menetelmiä käytetään nykyään teollisuudessa erityisesti sorbitolin ja ksylitolin tapauksessa. Nämä menetelmät muistuttavat kovapäällystämistä ja niissä päällystettävien tuotteiden, yleensä makeistuotteiden, pinnalle levitetään kiteytyvää siirappia tai suspensiota. Käsitteellä kiteytyvä tarkoitetaan sitä, että tuotteiden pinnalle levitetty polyolisiirappi tai -suspensio sisältää riittävän paljon jotakin edellä mainittua polyolia siten, että päällystysrummuissa saadaan vettä haihduttamalla, ilman avulla luonteeltaan kiteinen pinnoite. Tällaisia menetelmiä on kuvattu hyvin moneen kertaan. Esimerkkinä voidaan mainita patenttijulkaisu EP 37 407, joka on myönnetty oheiselle hakijalle, ja jossa on käytetty sorbitolia. Mainitsemisen arvoinen on myös patenttijulkaisu EP 201 412, joka on samoin myönnetty oheiselle hakijalle, sekä patenttijulkaisut EP 273 000 ja US 4 792 453, joissa käsitellään vastaavasti maltitolin, ksylitolin ja isomaltaan käyttöä kovapäällystämässä.

Näiden menetelmien tunnusomaisena piirteenä on se, että ne käsittävät lukuisia jaksoja samalla tavalla kuin perinteinen, sokeria käyttävä menetelmä. Jokainen näistä toistuvista jaksoista käsittää aina ensimmäisen vaiheen, jossa polyolisiirappia sumutetaan päällystettävistä tuotteista muodostuvan liikkuvan petin päälle, toisen vaiheen, jossa siirappi saadaan jakautumaan tasaisesti tuotteiden pinnalle, sekä lopuksi kolmannen vaiheen, jossa tuotteet kuivataan kuumaa, kuivaa ilmaa puhaltamalla siten, että siirapissa läsnä ollut vesi saadaan haihtumaan ja käytetty polyoli saadaan kiteytymään.

Selvää on, että näiden menetelmien yleisenä haittana on niiden suuri hitaus. Tämä hitaus johtuu siitä, että tässä menetelmässä on sumutettava hyvin monta kertaa jonkin pituisen ajanjakson välein hyvin pieniä siirappimääriä, jotta tuotteet, joiden täytyy pysyä erillisinä, eivät paakkuuntuisi. Nämä määrät ovat suuruusluokkaa 10-30 g

pinnoitettavien tuotteiden yhtä kiloa kohden, mikä vastaa alueella 6-20 grammaa olevaa polyolimäärää tuotekiloa kohden. Näin ollen useita tunteja tai jopa useita vuorokausia tarvitaan siihen, että tuotteiden paino saadaan noin 20 % suuremmaksi.

- 5 Tästä vakavasta haitasta voidaan luonnollisestikin päästä eroon joko suurentamalla
päällystysrumpujen kapasiteettia tai automatisoimalla jo olemassa olevia laitteistoja
siten, että kukin sumuttamisesta, yhdenmukaistamisesta ja kuivaamisesta koostuva
toimenpidesarja saadaan mahdollisimman lyhyeksi, tai edelleen lisäämällä teollisten
päällystysrumpujen lukumäärää. On selvää, että nämä parannukset ovat vain osarat-
10 kaisu, koska ne eivät poista perusongelmaa ja koska niistä aiheutuu huomattavia lisä-
kustannuksia.

15 Näiden menetelmien toinen vakava haitta on se, että kussakin jaksossa tarvitaan edellä kuvatulla tavalla kuivausvaihe, joka toteutetaan puhaltamalla kuivaa, kuumaa ilmaa, ja jossa kuluu energiaa ja erityisesti aikaa. Itse asiassa tämä vaihe kestää noin puolet yhden jakson toteuttamiseen tarvittavasta ajasta. Tämän kuivausjakson keston lyhentäminen on vaikeata, ellei peräti mahdotonta, kun muistetaan, että se on täysin välttämätön saatujen peräkkäisten kerrosten kuivaamiseksi ja näin ollen kiteisten ja kovien pinnoitteiden valmistamiseksi.

20 Olemassa on polyoleja hyväksikäyttävien päällystämismenetelmien toinen ryhmä, johon kuuluvissa menetelmissä siirapin ja jauheen käyttö on yhdistetty. Huomatta-

koon, että siirapeissa pääasiallisesti läsnäoleva polyoli voi olla luonteeltaan erilainen kuin jauheen pääasiallisena komponenttina läsnäoleva polyoli, mikä ei ole kuitenkaan

25 välttämätöntä.

Myös tähän ryhmään kuuluvat menetelmät, jotka muistuttavat pikemminkin pehmeäpäälystämistä, eroavat huomattavasti jäljempänä yksityiskohtaisesti kuvattavasta keksinnöstä.

30

Tällaiset menetelmät on kuvattu hyvin kirjallisuudessa. Erityisesti voidaan mainita menetelmät, jotka on kuvattu seuraavissa julkaisuissa:

— patenttijulkaisussa US 4 238 510, jossa on kuvattu pinnoite, joka sisältää 45-90 % sorbitolia; makeistuotteet pinnoitetaan kuivaamalla ne kuumalla, kuivalla ilmalla rummussa ja levittämällä niiden päälle polyolisiirappia sekä jauhemaisen sorbitolin ja jauhemaisen mannitolin seosta. Tämäkin menetelmä on hyvin pitkä, koska se
5 vaatii useita vuorokausia. Lisäksi sillä ei voida valmistaa kuin pehmeäpintaisia päällysteitä, muttei kovia ja rapeita päällysteitä, jollaisia kuluttajat yleensä haluavat.

— patenttihakemuksessa WO 91/09 989, jossa on kuvattu pinnoittaminen sorbitolilla. Vaikka kuvattu menetelmä muistuttaakin pehmeäpäälläystä, niin kuitenkin sen
10 tavoitteena on erittäin kiteisten, kovien ja hauraiden päällystekerrosten aikaansaaminen, tavalla, joka on kuvattu edellä mainitun hakijan patenttijulkaisussa EP 37 407. Koska kuivaaminen on välttämätöntä jokaisessa monista päälläystamisvaiheista, niin tämä menetelmä ei ole kuitenkaan täysin tyydyttävä, vaikka sillä päästäänkin huomattaviin ajansäästöihin.

15 Tämän perusteella hakija on huomannut, että alalla pyritään koko ajan toteuttamaan sellaista kovapäälläystysmenetelmää, jossa käytetään edullisesti polyoleja sokerin sijasta, ja jolla ei ole edellä kuvattuja haittoja, vaan johon liittyy kaikki seuraavat edut:

20 — menetelmä on hyvin nopea ja sillä säästetään huomattavasti aikaa ja näin ollen kapasiteettia voidaan rajoittaa merkittävästi,

25 — menetelmän teollinen toteuttaminen on yksinkertaista,

— menetelmällä voidaan valmistaa erittäin korkealaatuisia päälläystettyjä tuotteita, jotka eivät ole tahmeita, ja joiden ulkonäkö tai rakenne ei muutu merkittävästi ajan kuluessa.

30 Hakijan tavoitteena oli tekniikan nykytason parantaminen sekä saada tunnetut, kovien ja kiteisten päälläysten valmistukseen sopivat menetelmät taloudellisiksi ajan ja energian kulutuksen suhteen tällöin lopullisten tuotteiden laadun kuitenkin heik-

kenemättä, ja hakija totesi, että äärimmäisen kovia ja hauraita sekä hampaissa rapean
tuntuksia pinnoitteita voitiin saada yllättävällä ja odottamattomalla tavalla eli odotta-
malla vain muutaman tunnin ajan ennen tuotteiden vakioimista siten, ettei jokaisessa
5 päällystämisyksiossa tarvitse toteuttaa kuivaamista ilmaa puhaltamalla, toisin kuin
alan asiantuntijan tapana on ollut ja toisin kuin mikä olisi loogista ajatellen alalla
tähän saakka esitettyjä suosituksia tällaisen tuloksen saavuttamiseksi.

Tähän päästään yhdistämällä jokaisessa yksiossa erittäin puhdas polyoli sekä kiteinen
siirappi, joka sisältää pääasiassa tätä samaa polyolia liukoisessa kuiva-aineessaan.
10 Näin ollen keksinnön mukainen menetelmä on lyhyempi verrattuna tekniikan ny-
kytason mukaisiin menetelmiin sen seurauksena, ettei siinä tarvita enää kuumaa ja
kuivan ilman avulla toteutettuja lukuisia kuivausvaiheita, joihin kuluu aikaa ja
energiaa. Tämä saavutettu etu on sitä huomattavampi mitä suurempi on toivottu
painon lisäys.

15 Jotta päästäisiin laadun suheen tyydyttävään tulokseen, toisin sanoen pinnoitteisiin,
jotka eivät ole tahmeita ja jotka tarttuvat hyvin pinnotettuihin tuotteisiin ja jotka ovat
samoin stabiileja ajan suhteen, hakija on todennut, että tarkoituksenmukaista on
käyttää toisaalta siirappia, joka sisältää liukoisessa kuiva-aineessaan yli 90 %
20 polyolia, sekä toisaalta sellaista jauhetta, joka käsittää tätä samaa polyolia puhtaudel-
taan yli 95-prosenttisena.

Näin ollen oheisen keksinnön kohteena on kovapäällystämismenetelmä, jonka avulla
saadaan aikaan rumpua käyttämällä kova ja rapea pinnoite tuotteen pinnalle, ja joka
25 käsittää vähintään yhden jakson, johon kuuluu:

— vaihe sellaisen siirapin levittämiseksi, jonka siirapin liukoinen kuiva-aine koostuu
vähintään 90 paino-%:sta sorbitolin, maltitolin, mannitolin, ksylitolin, erytritolin ja
isomaltaan joukosta valittua polyolia;

30 — vähintään yksi vaihe sellaisen pölymäisen jauheen levittämiseksi, jonka jauheen
puhtaus on 95 paino-% tätä samaa polyolia, jotka mainitut levitysvaiheet voidaan

toteuttaa missä järjestyksessä tahansa;

— ja sitten vaihe, jossa levitetty siirappi ja levitetty jauhe saadan jakautumaan uudelleen;

5

tämän menetelmän ollessa tunnettu siitä, että tämä jakso ei käsitä ilmapvirran avulla toteutettavaa kuivausvaihetta.

10

Käytetyn jauheen puhtaus on edullisesti enemmän kuin 98 % ja edullisemmin yli 99 %. Tällaisia tuotteita on saatavana kaupallisesti. Tunnettuja ovat esimerkiksi jauheet, joita markkinoidaan nimellä NEOSORB® sorbitolin tapauksessa, XYLISORB® ksylitolin tapauksessa, PALATINIT® isomaltaan tapauksessa, MALTISORB® maltitolin tapauksessa, PEARLITOL® mannitolin tapauksessa ja LACTY® laktitolin tapauksessa.

15

Mitä tulee polyolisiirappeihin, sorbitolin tapauksessa voidaan käyttää suoraan tuotetta, jota markkinoidaan nimellä NEOSORB® 70/05, ja edullisemmin tuotetta NEOSORB® 70/02. Kaikissa tapauksissa käytetty siirappi on valmistettu keksinnön kohteena olevan menetelmän mukaisesti käytettävästä polyolijauheesta.

20

Keksinnön edullisen suoritusmuodon mukaisesti päällystettäviä tuotteita pyöritetään eli ne saatetaan pyörivään liikkeeseen päällystysrummussa. Tämä rumpu voi olla muodoltaan tavanomainen, eli tulpaanin muotoinen, jonka rummun pyörimisakseli on kalteva, tai rumpu voi olla sylinterimäinen, sen akselin ollessa vaakasuora. Tuotteet, joista on edullisesti aina poistettu pöly joko ennen rumpuun laittamista tai rumpuun laittamisen jälkeen, ovat muodoltaan edullisesti palloja, sylintereitä tai soikioita pinnoitustoimenpiteen helpottamiseksi, mutta tuotteet voivat yhtä hyvin olla muodoltaan myös tyynyjä tai pastilleja.

25

30 Keksinnön mukaisella menetelmällä voidaan pinnoittaa hyvin erilaisia tuotteita. Kysymykseen voivat tulla elintarvikkeet kuten esimerkiksi makeistuotteet kuten purukumit, puristeet, pillerit, geelit, munalikööri, pureskeltavat tahnat, kovat

karamellit, suklaatuotteet, mutta myöskin farmaseuttiset tai eläinlääketieteelliset tuotteet kuten lääkepillarit, lääketabletit, eläimille tarkoitettut tuotteet, ruokavaliotuotteet kuten kasvirakeet, siemenet tai jyvät, kokkaroidut lannoitejauheet, tai lisäaineet, jotka sisältävät entsyymejä tai mikro-organismeja, ja jotka on tarkoitettu erityisesti elintarvikkeiden kuten leivän tai teollisuustuotteiden kuten pesuaineiden valmistukseen, tai jauhemaiset lisäaineet, jotka käsittävät vitamiineja, aromiaineita, hajusteita, happoja, makeutusaineita tai erilaisia aktiivisia aineita.

Keksinnön erään yleisen suoritusmuodon mukaan tässä menetelmässä liikkuvien tuotteiden pinta kostutetaan tasaisesti valitulla polyolisiirapilla. Huomattakoon, että nämä tuotteet on voitu pinnoittaa edeltäkäsikin kumilla perinteisiä tekniikoita käyttäen. Tämän jälkeen lisätään eräs määrä tämän saman polyolin erittäin puhdasta, pölymäistä jauhetta. Jauheen tasaisen leviämisen jälkeen voidaan toteuttaa toiseen kertaan kostutuksesta ja jauheen lisäämisestä koostuva jakso. Tässä tapauksessa tämä toinen jakso toteutetaan edullisesti muutaman minuutin kuluttua ensimmäisestä jaksosta, jotta tuotteen pinta ehtisi välillä kuivua. Huomattakoon, että oheisen keksinnön mukaisessa menetelmässä erittäin puhtaan, pölymäisessä muodossa olevan polyolijauheen lisääminen on toteutettava vähintään yhteen, mutta edullisesti kahteen kertaan. Nämä lisäykset voidaan toteuttaa saman jakson tai myös eri jakson aikana, kunhan vain pidetään mielessä se, että oheisessa keksinnössä yksi jakso on määritelty siten, että siinä polyolisiirappia lisätään vain yhden kerran.

Oheisen keksinnön mukainen menetelmä on yleisessä suoritusmuodossaan selvästi lyhyempi kuin tekniikan nykytason mukaiset menetelmät. Esimerkiksi hyvin suuret, noin 50 % olevat painonlisäykset voidaan saavuttaa alle kolmessa tunnissa. Pienempien, noin 20 % olevien painonlisäysten tapauksessa tarvitaan korkeintaan ajanjakso, joka on alle puolet, yleensä noin 1 tunti, eli 1/6 tekniikan nykytason mukaisissa, ainoastaan kiteytyvää siirappia käyttävissä menetelmissä tarvittavasta ajasta.

Mitä tulee käytettävään erittäin puhtaaseen polyolijauheeseen, menetelmässä on edullista käyttää hienoja jauheita, joissa on alle 10 % sellaisia hiukkasia, joiden halkaisija on yli 250 mikronia, ja vähemmän kuin 10 % sellaisia hiukkasia, joiden

halkaisija on alle 40 mikronia. Ihanteellisessa jauheessa hiukkasten keskimääräinen halkaisija on alueella 80—100 mikronia.

5 Siirapin lämpötila on yleensä sama kuin ympäristön lämpötila, mutta siirapin hyvin tasaiseen jakautumiseen pääsemiseksi voidaan valita korkeampi lämpötila, joka pienentää pinnoittavan siirapin viskositeetin pienemmäksi kuin 300 cp.

10 Normaalioloissa siirapin kuiva-ainepitoisuus on alueella 40—85 %, riippuen siirapin lämpötilasta sekä valitun polyolin luonteesta. Ihanteelliset siirapit voivat sisältää 0,5—5 % gelatiinia, arabikumia tai modifioituja selluloosia, sekä mahdollisesti 0,5—2 % pigmenttejä kuten kalsiumkarbonaattia, titaanioksidia tai elintarvikeväriä.

15 Joka tapauksessa aina käytetään sellaista siirappia, joka sisältää yli 90 %, edullisesti yli 92 % ja vieläkin edullisemmin yli 95 % polyolia; nämä osuudet on laskettu liukoisesta kuiva-aineesta. Nämä siirapit on voitu valmistaa sellaisesta jauheesta, jonka puhtaus on yli 90 %.

20 Jaksojen lukumäärä, joka on välttämätön tuotteiden pinnoittamiseksi, on 1—10 kovapäällystämisen tapauksessa, 1—3 kiillotuksen tapauksessa ja 1—5 huurtamisen tapauksessa. Jokaisessa jaksossa sumutetaan 5—35 ml sellaista siirappia, jonka kuiva-ainepitoisuus on 50—85 % huurtamisen ja kovapäällystämisen tapauksessa, tai 15—50 ml sellaista siirappia, jonka kuiva-ainepitoisuus on 40-60 % kiillotuksen tapauksessa. Nämä määrät, jotka tarkoittavat kussakin jaksossa käytettyjä määriä yhden tuotekilogramman pinnoittamiseksi, vaihtelevat tuotteen luonteesta ja erityisesti 25 sen huokoisuudesta riippuen. Yhden tai useamman jakson aikana lisättävät polyolijauheen määrät ovat yleensä 5—70 grammaa pinnoitettavan tuotteen yhtä kiloa kohden, pienien arvojen ollessa edullisia kiillotuksen tapauksessa.

30 Vaihe uudelleenjakautumisen aikaansaamiseksi kestää edullisesti noin 5 minuuttia ensimmäisten lisäyskertojen tapauksessa. Tätä aikaa voidaan lyhentää vähitellen siten, että se on vain noin 2 minuuttia päällystämisen lopussa.

Polyolin pitoisuus näissä lopullisissa kovissa pinnoitteissa saavuttaa arvon 95—99,5 %, edullisesti 98—99,5 % huurtamisen tai kovapääällystämisen tapauksessa. Tämä pitoisuus on ainoastaan enemmän kuin 80 % kiillotuksen tapauksessa.

- 5 Mitä tulee pölymäisenä lisätyn polyolijauheen määrään esimerkiksi kaupalliseen käyttöön tarkoitettujen tuotteiden pinnoitteissa, tämä määrä on yleensä 65—90 % huurtamisen ja kovapääällystämisen tapauksessa ja 40—80 % kiillotuksen tapauksessa.

- 10 Keksinnön mukaista menetelmää voi edeltää jonkin valitun pääällystettävän tuotteen tapauksessa tekniikan nykytason mukainen pääällystävä tai pinnoittava toimenpide tai tällainen toimenpide voidaan toteuttaa keksinnön mukaisen menetelmän jälkeen.

- 15 Lopuksi perinteisellä kiillotuksella voidaan parantaa tuotteiden ulkonäköä. Menetelmässä voidaan käyttää rasvoja tai vahoja pinnoitteen saamiseksi läpäisemättömäksi samalla kun pinnoitteen ulkonäkö paranee.

- 20 Toteuttamalla keksintö edellä kuvatulla tavalla saadaan tuotteita, joiden pinnoite muuttuu rapeaksi kun niitä säilytetään muutaman tunnin ajan ennen pakkaamista. Lämpökäsittely ei ole täysin välttämätön. Tuotteita varastoidaan edullisesti muutaman tunnin ajan kuivissa olosuhteissa.

- 25 Keksinnön kohteena on samoin uutena tuotteena pinnan kova pinnoite, jonka tehtävänä on suojata tuotetta tai parantaa sen ulkonäköä, ja joka koostuu vähintään 5 %:sta, edullisesti vähintään 15 %:sta ja edullisemmin 20-99,5 %:sta polyolijauhetta, jonka puhtaus on yli 95 %, edullisesti yli 98 %, edullisemmin yli 99 %, joka polyoli on valittu maltitolin, mannitolin, ksylitolin, erytritolin ja isomaltaan joukosta. Tämän kovan pinnoitteen kiteisyys on hyvin suuri, suurempi kuin pinnoitteella, joka voidaan saada toteuttamalla kovapääällystäminen vain siirappia käyttämällä. Esimerkiksi maltitolin tapauksessa keksinnön mukaisen kovan pinnoitteen sulamisentalpia on 30 yli 120 joulea/gramma, ja yleensä yli 145 joulea/gramma, ja sen sulamishuippu on yli 145 °C. Vertailun vuoksi, kun menetellään maltitoliin kohdistuvan patenttijulkaisun EP 201 412 mukaisesti, niin tällöin ei parhaimmillaankaan päästä kuin 110

joulea/gramma olevaan entalpiaan ja korkeintaan 140 °C olevaan sulamishuippuun.

Yleisesti, keksinnön mukaisen pinnoitteen kiteisyys on sellainen, että sen sulamisen-
5 talpia on vähintään 70 %, edullisesti 80 % pinnoitteen muodostavan polyolin
sulamisentalpiasta, kun tämä polyoli on pysyvimmässä tai yleisimmässä kiteisessä
kaupallisessa muodossaan. Näin ollen vertailupolyolina voidaan käyttää kiteistä
gamma-muotoista sorbitolia ja laktitoli-monohydraattia.

Välineet edellä kuvatun oheisen keksinnön mukaisen menetelmän toteuttamiseksi
10 eivät ole keksintöä millään tavalla rajoittavia, ja ohessa viitataan ainoastaan tarkoi-
tuksenmukaisiin ja edullisiin välineisiin keksinnön toteuttamiseksi. Menetelmän
muuntumiskyky ja menetelmän toteuttamisen nopeus sekä sen muut edellä luetellut
edut ovat todennäköisesti ymmärrettävissä paremmin seuraavien esimerkkien avulla.

15 Esimerkki I

**Keksinnön mukaisen menetelmän ja tekniikan nykytason mukaisten menetelmien
vertaaminen**

20 1. Käytetyt tuotteet

Purukumeja, jotka on valmistettu polyoleista, eli käyttämällä siirappia LYCASIN®
80/55 sekä jauhemaista sorbitolia NEOSORB® P60, ja jotka ovat pieninä tyynyinä,
joiden pituus on 2 cm ja leveys noin 1 cm, päällystetään keksinnön mukaisella
25 menetelmällä siten, että saadaan kovia ja rapeita pinnoitteita.

Vertailun vuoksi nämä samat tuotteet päällystetään sorbitolilla käyttäen menetelmää,
joka on kuvattu patenttijulkaisussa EP 037 407 (esimerkki 4, koe 16), patenttihak-
muksessa WO 91/09989 (esimerkki 1) sekä patenttijulkaisussa US 4 238 510
30 (esimerkki 1).

Keksinnön toteuttamiseksi käytetään:

— sorbitolisiirappia, jonka kuiva-ainepitoisuus on 70 %, ja jota markkinoidaan tavaramerkkinä NEOSORB® 70/02.

5 Tähän siirappiin lisätään 2 % gelatiinia siirapin kuiva-aineesta. Tätä siirappia käytetään 60 °C:n lämpötilassa.

— sekä erittäin puhdasta, hienojakoista sorbitolijauhetta, jota myydään tavaramerkkinä NEOSORB® P100.

10 Edellä mainituissa patenttijulkaisussa ja patenttihakemuksessa kuvattujen menetelmien toistamiseksi käytetään:

— ainoastaan erittäin puhdasta sorbitolisiirappia NEOSORB® 70/02, 40 °C:n lämpötilassa, patenttijulkaisussa EP 037 407 kuvatun menetelmän tapauksessa;

15 — sorbitolijauhetta NEOSORB® P100 pakotetun päällystämisvaiheen aikana ja siirappia NEOSORB® 70/02 suspensioiden AI ja AII valmistamiseksi, joita suspensioita käytetään 20 °C:n lämpötilassa vaiheissa, joissa toteutetaan kumilla pinnoitus, pakotettu päällystäminen ja kovapäällystäminen patenttihakemuksessa WO 91/009989
20 kuvatun menetelmän mukaisesti.

— sorbitolijauhetta NEOSORB® P100 jauhemaisen koostumuksen valmistamiseksi sekä sorbitolisiirappia NEOSORB® 70/02 niiden kahden patenttijulkaisussa US
25 4 238 510 kuvatun siirapin valmistamiseksi; näitä siirappeja säilytetään 49 °C:ssa mainitulla tavalla.

2. Olosuhteet

30 Keksinnön mukaisen kovan ja rapean pinnoitteen toteuttamiseksi yksi kilogramma purukumityynyjä laitetaan päällystyslaitteeseen, joka pyörii nopeudella 20 kierr./min.

Sorbitolisiirappia lisätään ensimmäisen kerran 15 ml. Yhden tai kahden minuutin

kuluttua lisätään 30 gramman suuruinen määrä sorbitolijauhetta. Tyynyjen pinnan annetaan kuivua yhden minuutin ajan käyttämättä ilmavirran avulla tehostettua kuivaamista.

- 5 Tämä jakso toistetaan viisi kertaa, lisäysnopeutta ja lisättyjä määriä suurentaen. Viimeisen jakson aikana lisätty siirappimäärä on 35 ml, ja jauhemäärä on 50 g.

Lopuksi tyynyjä pyöritetään noin 15 minuuttia. Päälläytämisen kokonaiskesto on noin 50 minuuttia, jolloin paino lisääntyy 30 %.

10

Mitä tulee tekniikan nykytason mukaisiin menetelmiin:

- patenttijulkaisussa EP 037 407 kuvatussa menetelmässä on toteutettava vähintään 60 jaksoa, jotta päästään vastaavaan painonlisäykseen. Tarvittava aika on noin 6 tuntia.

15

- meneteltäessä patenttihakemuksessa WO 91/09989 kuvatun menetelmän mukaisesti vastaavaan painonlisäykseen päästään 17 jaksolla. Tämä tulos saadaan noin 2 tunnissa.

20

- patenttijulkaisussa US 4 238 510 kuvatulla tavalla menettelemällä 10 jaksoa riittää paksuudeltaan vastaavanlaisen pinnoitteen saamiseksi, mutta aikaa tähän kuluu vähintään 24 tuntia, koska päälläytämisen on aina keskeytettävä saatujen kerrosten kuivaamiseksi ennen viimeistelyn toteuttamista.

25

3. Saatujen tuotteiden tunnusomaiset piirteet

Näiden kahta eri tyyppiä olevien tuotteiden pinnoitteiden rapeutta ja kovuutta verrataan 1, 2 ja 7 vuorokautta valmistuksen jälkeen.

30

Organoleptiset ominaisuudet

Seitsemästä henkilöstä koostuva arvosteluraati arvioi näitä neljää eri tyyppistä päällystettyä purukumia näkemättä niiden tuntuman hampaissa.

5

Patenttijulkaisussa US 4 238 510 kuvatulla menetelmällä päällystetyt purukumit arvostellaan hylättäviksi, koska niiden rapeus on riittämätön sekä 1 vuorokauden että 7 vuorokauden kuluttua.

10

Arvosteluraati toteaa vähäistä eroa kolmen muun tuotteen välillä siten, että kaikkein tyydyttävin tuote on se, joka on saatu patenttijulkaisun EP 037 407 mukaisesti, ja seuraavana tuote, joka on valmistettu patenttihakemuksessa WO 91/09989 kuvatulla tavalla. Keksinnön mukainen tuote tuntui hampaissa hieman pehmeämmältä.

15

Kahden ja 7 vuorokauden kuluttua nämä kolme purukumityyppiä arvostellaan täysin samanlaisiksi.

Instron-kovuus

20

Kovuusindeksit mitataan ensimmäisenä vuorokautena sellaisella laitteella, jonka avulla terävä kärki pyritään työntämään jäykällä alustalla olevaan purukumityynyyn. Puristava voima rekisteröidään ajan funktiona purukumityynyn pinnoitteen murtumiseen saakka.

25

Saadut kovuustulokset tukevat edellä esitettyjä tuloksia, sillä kovuusindekseiksi saatiin viiden mittauksen keskiarvona:

— noin 5/mm patenttijulkaisun US 4 238 510 mukaisille tuotteille,

30

— noin 15/mm keksinnön mukaisesti saaduille tuotteille ja 17/mm patenttijulkaisun EP 037 407 mukaisille tuotteille ja 15,5/mm patenttihakemuksen WO 91/09989 mukaisille tuotteille.

- Toisin sanoen, yhden vuorokauden kuluttua keksinnön mukaiset tuotteet ovat samanlaisia kuin tekniikan nykytason mukaisesti saadut tuotteet. Ne voidaan saada sellaisen ajanjakson aikana, jonka ajanjakson pituus on vain puolet siitä ajanjaksosta, joka kuluu meneteltäessä tässä suhteessa parhaimman tekniikan nykytasoa vastaavan menetelmän mukaisesti. Kuivaamista ei tarvita lainkaan.

Keksinnön mukainen menetelmä on siis ajan ja energian kulutuksen suhteen hyvin taloudellinen tekniikan nykytasoa vastaaviin tekniikkoihin nähden.

10 Esimerkki II

Keksinnön mukainen kovapäällystysmenetelmä, jossa käytetään isomaltoosia, maltitolia ja ksylitolia

- 15 Esimerkissä I kuvattu menetelmä toistetaan käyttäen samoja purukumeja, mutta korvaten sorbitolijauhe ja -siirappi:

— isomallasjauheella, jota markkinoidaan tavaramerkkinä PALATINIT®, sekä tästä jauheesta valmistetulla isomallassiirapilla, joka sisältää lisäksi 1 % titaanidioksidia, ja jonka kuiva-ainepitoisuus on 65 %. Tätä siirappia käytetään 60 °C:ssa.

— ksylitolijauheella, jota oheinen hakija markkinoi tavaramerkkinä XYLISORB®, sekä tästä jauheesta valmistetulla ksylitolisiirapilla, jonka kuiva-ainepitoisuus on 75 %. Tätä siirappia käytetään 60 °C:ssa.

25 — maltitolijauheella, jota oheinen hakija markkinoi tavaramerkkinä MALTISORB®, sekä tästä jauheesta valmistetulla maltitolisiirapilla, jonka kuiva-ainepitoisuus on 65 %. Myös tätä siirappia käytetään 60 °C:ssa.

- 30 Näissä kolmessa tapauksessa alle tunnissa saatuja rakeita, joiden painonlisäys on noin 25 %, varastoidaan 2 tunnin ajan, ennenkuin esimerkin 1 mukainen arvosteluraati arvioi ne.

Rakenteen suhteen isomaltaaseen ja maltitoliin perustuvat tuotteet arvosteltiin hyvin rapeiksi. Ksylitolia käyttäen saaduissa päällystetyissä tuotteissa on riittävän kova mutta ei niin rapea pinnoite.

- 5 Mitä taas tulee makuun, ksylitolia ja maltitolia käyttäen päällystetyt tuotteet ovat selvästi muita edullisempia.

Tässä esimerkissä maltitolilla pinnoitetuilla purukumeilla näyttää olevan parhaat organoleptiset ominaisuudet.

Patenttivaatimukset

1. Kovapääallystämismenetelmä, jonka avulla saadaan aikaan rumpua käyttämällä kova pinnoite tuotteen pinnalle, ja joka käsittää vähintään yhden jakson, johon
5 kuuluu:

— vaihe sellaisen siirapin levittämiseksi, jonka siirapin liukoinen kuiva-aine koostuu vähintään 90 paino-%:sta sorbitolin, maltitolin, mannitolin, ksylitolin, erytritolin ja isomaltaan joukosta valittua polyolia;

10 — vähintään yksi vaihe sellaisen pölymäisen jauheen levittämiseksi, jonka jauheen puhtaus on 95 paino-% tätä samaa polyolia, jotka mainitut levitysvaiheet voidaan toteuttaa missä järjestyksessä tahansa;

15 — ja sitten vaihe, jossa levitetty siirappi ja levitetty jauhe saadan jakautumaan uudelleen;

t u n n e t t u siitä, että tämä jakso ei käsitä ilmavirran avulla toteutettavaa kuivausvaihetta.

20 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kovapääallystämismenetelmä, t u n n e t t u siitä, että levitetyn jauheen puhtaus on yli 98 %, edullisesti yli 99 %.

25 3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen kovapääallystämismenetelmä, t u n n e t t u siitä, että levitettävä siirappi on valmistettu menetelmässä käytettävästä polyolijauheesta.

30 4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen kovapääallystämismenetelmä, t u n n e t t u siitä, että menetelmässä käytettävää jauhetta käsittävä siirappi sisältää myös 0,5—5 % ge-latiinia, arabikumia tai modifioituja selluloosia, sekä mahdollisesti 0,5—2 % pigmenttejä kuten kalsiumkarbonaattia, titaanioksidia tai elintarvikeväriä.

5. Patenttivaatimuksen 1 mukainen kovapääällystämismenetelmä, t u n n e t t u siitä, että pinnoitettava tai jo pinnoitettu tuote on elintarvike, eläimille tarkoitettu tuote, farmaseuttinen tai eläinlääketieteellinen tuote, siemen- tai jyvätuote, lannoitejauhe tai lisäaineet, jotka sisältävät entsyymejä, mikro-organismeja, vitamiineja, aromiaineita, hajusteita, happoja, makeutusaineita tai erilaisia aktiivisia aineita.
6. Pinnan pinnoite, jonka tehtävänä on suojata tuotetta tai parantaa sen ulkonäköä, ja joka koostuu vähintään 5 %:sta, edullisesti vähintään 15 %:sta ja edullisemmin 20—99,5 %:sta polyolijauhetta, jonka puhtaus on yli 95 %, edullisesti yli 98 %, edullisemmin yli 99 %, joka polyoli on valittu maltitolin, mannitolin, ksylitolin, erytritolin, laktitolin ja isomaltan joukosta.

THIS PAGE BLANK (USPTO)